

19 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENT- UND  
MARKENAMT

12 **Offenlegungsschrift**  
10 **DE 199 08 623 A 1**

51 Int. Cl.<sup>7</sup>:  
**C 03 B 23/047**  
C 03 B 37/025

21 Aktenzeichen: 199 08 623.0  
22 Anmeldetag: 27. 2. 1999  
43 Offenlegungstag: 25. 5. 2000

Mit Einverständnis des Anmelders offengelegte Anmeldung gemäß § 31 Abs. 2 Ziffer 1 PatG

71 Anmelder:  
Schott-Geräte GmbH, 65719 Hofheim, DE

72 Erfinder:  
Riege, Günter, 65195 Wiesbaden, DE

56 Entgegenhaltungen:  
DE 195 36 960 A1  
DE 690 04 508 T2  
EP 02 59 877 A1

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

54 Verfahren zur Herstellung von Präzisionsglasröhrchen sowie deren Verwendung

57 Es wird ein Verfahren zur Herstellung von Präzisionsglasröhrchen aus einem Glasrohr mit präzisiertem, vorbestimmtem Innendurchmesser beschrieben. Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren wird die Außenfläche des Glasrohrs mechanisch überarbeitet unter Erzeugung eines präzisen, vorbestimmten Außendurchmessers und einer präzisen, vorbestimmten Wanddickenverteilung. Das Glasrohr wird auf dessen Verarbeitungs- bzw. Zieh-temperatur erwärmt, gleichmäßig gezogen, der Außen- und Innendurchmesser wird an wenigstens einem Meßpunkt radial zur Ziehrichtung ständig gemessen, die Meßwerte werden mit den vorbestimmten Sollwerten verglichen, die Verarbeitungs- bzw. Zieh-temperatur und die Nachschub- und Abziehgeschwindigkeit des Glasrohrs wird, abhängig vom Vergleich, geregelt und eingestellt bis die Meßwerte mit den Sollwerten übereinstimmen, und die Präzisionsglasröhrchen werden abgelängt und ggf. einseitig verschlossen.

DE 199 08 623 A 1

DE 199 08 623 A 1

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Präzisionsglasröhrchen aus einem Glasrohr mit präzisiertem, vorbestimmtem Innendurchmesser, sowie deren Verwendung.

Die Herstellung von Präzisionsglasröhrchen, d. h. Glasröhrchen mit ganz geringen Maßabweichungen (Toleranzen) ist sehr aufwendig und mit hohen Herstellungskosten verbunden.

So müssen beispielsweise Präzisionsglasröhrchen zur Verwendung als Probenträger für magnetische Kernresonanz-Untersuchungen Außendurchmesser von 3,0 mm bis 15,0 mm mit einer Toleranz von  $\leq \pm 0,007$  mm und eine sehr geringe Wanddickenverteilung von 0,25 mm mit einer Toleranz von  $\leq \pm 0,005$  mm aufweisen.

Um die geforderten Maße und geringen Maßabweichungen zu erreichen, müssen die nach konventionellen, kontinuierlichen Rohrzugverfahren hergestellten Glasröhrchen einer aufwendigen Nachbehandlung unterzogen werden. So wird zuerst nach einem konventionellen Verfahren ein Glasröhrchen gezogen, das in etwa die geforderten Maße aufweist. Das erhitzte Glasröhrchen wird dann nach dem KGP-Verfahren weiterbearbeitet, um eine präzisen, vorbestimmten Innendurchmesser mit geringen Toleranzen zu erreichen. Nach dem einseitigen Verschließen des Glasröhrchens wird die Außenfläche bis zur Erreichung des gewünschten Außendurchmessers bzw. der gewünschten Wanddickenverteilung geschliffen und anschließend, zur Erreichung der ursprünglichen Transparenz, poliert.

Neben der aufwendigen Herstellung und den damit verbundenen hohen Kosten ist die Endausbeute an Präzisionsglasröhrchen, die den Anforderungen entsprechen, sehr gering.

Daher ist es Aufgabe der Erfindung, ein Verfahren zu finden, das eine einfachere und kostengünstigere Herstellung von Präzisionsglasröhrchen erlaubt, das eine geringe Fehlerquote und damit eine höhere Endausbeute ermöglicht, wobei die geforderten Maße genau eingehalten werden sollen und die Maßabweichungen die Güte bisheriger Verfahren erreichen oder gar unterschreiten sollen.

Diese Aufgabe wird mit dem im Patentanspruch 1 beschriebenen Verfahren gelöst.

Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren handelt es sich um ein Nachbearbeitungs- und Wiederziehverfahren.

Ein fertiges Glasrohr mit präzisiertem, vorbestimmten Innendurchmesser, mit vorbestimmtem Außendurchmesser und vorbestimmter Wanddickenverteilung, beispielsweise ein nach einem konventionellen, kontinuierlichen Rohrziehverfahren hergestelltes und nach dem KGP-Verfahren innenkalibriertes Glasrohr, wird an dessen Außenfläche unter Erzeugung eines präzisen, vorbestimmten Außendurchmessers und einer präzisen, vorbestimmten Wanddickenverteilung mechanisch überarbeitet.

Das so hergestellte und nachbearbeitete, noch relativ dicke Glasrohr weist bereits alle Merkmale bezüglich der geforderten Maße und Maßgenauigkeiten des herzustellenden Präzisionsglasröhrchens auf. So entsprechen beispielsweise die Verhältnisse Außendurchmesser zu Wanddickenverteilung, Außendurchmesser zu Innendurchmesser und Wanddickenverteilung zu Innendurchmesser genau den Verhältnissen des herzustellenden Präzisionsglasröhrchens.

Das Glasrohr wird in einem weiteren Verfahrensschritt auf dessen Verarbeitungs- bzw. Ziehtemperatur erwärmt, wobei die Erwärmung bevorzugt gleichmäßig erfolgt.

Unter gleichmäßigem Ziehen des erwärmten Glasrohrs, beispielsweise in einer an und für sich bekannten Wiederziehanlage, unter Berücksichtigung der oben genannten Ver-

hältnisse, wird ein dünnwandiges, langes Präzisionsglasröhrchen hergestellt.

Um das geforderte Endmaß und die geringen Toleranzen zu erreichen, wird sowohl der Außendurchmesser, als auch der Innendurchmesser des gezogenen Glasrohrs ständig, wenigstens an einem Meßpunkt radial zur Ziehrichtung, gemessen. Die Meßwerte werden mit den vorbestimmten Sollwerten des Präzisionsglasröhrchens verglichen. Dabei hat sich zur Ermittlung der Meßwerte die Anwendung von Laser-Meßverfahren besonders bewährt.

Durch direktes automatisches Regeln und Einstellen der Verarbeitungs- bzw. Ziehtemperatur und der Nachschub- und Abziehggeschwindigkeit des Glasrohrs, abhängig vom Vergleich der Meß- und Sollwerte, bis die Meß- und Sollwerte übereinstimmen, werden die präzisen, vorbestimmten Maße und Toleranzen der Präzisionsglasröhrchen eingestellt. Anschließend werden die Präzisionsglasröhrchen abgelängt und ggf. einseitig verschlossen.

Bevorzugt wird das frisch gezogene Glasrohr (Präzisionsglasröhrchen) gleichmäßig abgekühlt, was beispielsweise dadurch erreicht wird, daß das Verfahren in einem temperierten, zugfreien Raum, der über eine Schleuse zu betreten ist, durchgeführt wird.

In einer weiteren, bevorzugten Ausgestaltung des Verfahrens wird ein mechanisch überarbeitetes Glasrohr mit präzisen, vorbestimmten Maßen und Toleranzen derart wiedergezogen, daß die daraus hergestellten Präzisionsglasröhrchen einen um den Faktor 3 bis 50 geringeren Außen- und Innendurchmesser, und eine entsprechend geringere Wanddickenverteilung und Toleranz aufweisen als das ursprüngliche Glasrohr.

Im Gegensatz zum bisherigen Herstellungsverfahren, bei dem jedes dünnwandige, und damit leicht zerbrechliche Glasröhrchen mechanisch nachbearbeitet wurde, lassen sich nach dem erfindungsgemäßen Verfahren aus einem relativ dicken, und damit schwerer zerbrechlichen Glasrohr, das sich einfacher mechanisch nachbearbeiten läßt, sehr viele dünnwandige Präzisionsglasröhrchen herstellen. Das erfindungsgemäße Verfahren ist nicht nur kostengünstiger und weniger aufwendig als das bisherige Verfahren, sondern es zeichnet sich auch durch eine höhere Endausbeute und geringere Fehlerquote aus.

Es können nach dem erfindungsgemäßen Verfahren Präzisionsglasröhrchen hergestellt werden, die die geforderten Maße und Maßabweichungen exakt einhalten.

Die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten Präzisionsglasröhrchen weisen bevorzugt einen Innendurchmesser von 0,5 mm bis 19,5 mm, insbesondere von 3,5 mm auf, wobei die Toleranz bevorzugt kleiner als  $\pm 0,01$  mm, insbesondere kleiner als  $\pm 0,007$  mm ist.

Der Außendurchmesser weist bevorzugt 1,0 mm bis 20,0 mm, insbesondere 5,0 mm auf, wobei die Toleranz bevorzugt kleiner als  $\pm 0,01$  mm, insbesondere kleiner als  $\pm 0,007$  mm ist, und die Wanddickenverteilung weist bevorzugt 0,10 mm bis 0,50 mm, insbesondere 0,20 mm bis 0,40 mm und besonders bevorzugt 0,25 mm auf, wobei die Toleranz kleiner als  $\pm 0,01$  mm, insbesondere kleiner als  $\pm 0,007$  mm ist.

Des weiteren erfolgt die mechanische Überarbeitung des innenkalibrierten Glasrohres bevorzugt mittels eines Diamantwerkzeugs, und besonders bevorzugt erfolgt die mechanische Überarbeitung der Außenfläche des Glasrohrs mittels Schleifen, dabei wird die Außenfläche des Glasrohrs solange geschliffen, bis die geforderten Maße und Toleranzen erreicht sind.

Dadurch, daß das mechanisch überarbeitete Glasrohr wiedergezogen wird, ist ein aufwendiges Polieren der geschliffenen Außenfläche nicht notwendig, da sich die geforderte

Transparenz der Präzisionsglasröhrchen nach dem Wiederziehen von alleine einstellt.

Bevorzugt werden Glasrohre, die eine Länge von 500 mm bis 2000 mm aufweisen, nach dem erfindungsgemäßen Verfahren mechanisch überarbeitet und wiedergezogen.

Die resultierenden Präzisionsglasröhrchen werden bevorzugt auf 150 bis 300 mm abgelängt.

Das anschließende einseitige Verschließen der Präzisionsglasröhrchen kann über einen an und für sich bekannten Bodenformautomat erfolgen, was eine weitere Reduzierung der Herstellungskosten bedeutet.

Bevorzugt finden die Präzisionsglasröhrchen Verwendung als Probenaufnahme Röhrchen für analytische Untersuchungen, insbesondere für magnetische Kernresonanz-Untersuchungen.

Das folgende Beispiel erläutert die Erfindung.

#### Beispiel

Ein nach dem KPG-Verfahren hergestelltes Glasrohr mit einem präzisen Innendurchmesser von 70,0 mm und einer Toleranz des Innendurchmessers von  $\pm 1,5$  mm wird mittels Schleifen an dessen Außenfläche mechanisch überarbeitet, wobei ein präziser Außendurchmesser von 80,0 mm mit einer Toleranz von  $\pm 1,5$  mm erzeugt wird. Der Außendurchmesser des Glasrohrs liegt vor dem Schleifen bei  $\geq 80$  0 mm  $\pm 1,5$  mm. Die Wanddickenverteilung wird dabei auf 5,0 mm mit einer Toleranz von  $\pm 1,0$  mm eingestellt. Das Glasrohr wird auf dessen Verarbeitungs- bzw. Ziehtemperatur erwärmt. Die jeweilige Temperatur kann für ein bestimmtes Glas der Literatur entnommen oder experimentell festgestellt werden. Unter gleichmäßigem Ziehen des Glasrohrs in einer Wiederziehanlage wird ein langes, dünnes Präzisionsglasröhrchen mit einem Außendurchmesser von 5,0 mm mit einer Toleranz von  $\pm 0,094$  mm, einem Innendurchmesser von 4,38 mm mit einer Toleranz von  $\pm 0,094$  mm und einer Wanddickenverteilung von 0,31 mm und einer Toleranz von  $\pm 0,06$  mm hergestellt. Das Präzisionsglasröhrchen wird auf jeweils 200 mm abgelängt und einseitig verschlossen.

#### Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Präzisionsglasröhrchen aus einem Glasrohr mit präzisem, vorbestimmtem Innendurchmesser, **gekennzeichnet durch** die Schritte,

- mechanisches Überarbeiten der Außenfläche des Glasrohrs unter Erzeugung eines präzisen, vorbestimmten Außendurchmessers und einer präzisen, vorbestimmten Wanddickenverteilung,
- Erwärmen des Glasrohrs auf dessen Verarbeitungs- bzw. Ziehtemperatur,
- gleichmäßiges Ziehen des Glasrohrs unter Beibehaltung der Verhältnisse Außendurchmesser zu Wanddickenverteilung, Außendurchmesser zu Innendurchmesser und Wanddickenverteilung zu Innendurchmesser,
- ständiges Messen des Außen- und Innendurchmessers des gezogenen Glasrohrs an wenigstens einem Meßpunkt radial zur Ziehrichtung,
- Vergleichen der Meßwerte mit vorgegebenen Sollwerten,
- Regeln und Einstellen der Verarbeitungs- bzw. Ziehtemperatur und der Nachschub- und Abziehggeschwindigkeit des Glasrohrs, abhängig vom Vergleich, bis die Meßwerte mit den Sollwerten übereinstimmen, und

- Ablängen und ggf. einseitiges Verschließen der Präzisionsglasröhrchen.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das gezogene Glasrohr (Präzisionsglasröhrchen) gleichmäßig abgekühlt wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß ein um den Faktor 3 bis 50 geringerer Außen- und Innendurchmesser und eine entsprechend geringere Wanddickenverteilung und Toleranz der Präzisionsglasröhrchen gegenüber dem mechanisch überarbeiteten Glasrohr eingestellt wird.

4. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß ein Innendurchmesser der Präzisionsglasröhrchen von 0,5 mm bis 19,5 mm, insbesondere von 3,5 mm eingestellt wird.

5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß eine Toleranz des Innendurchmessers von kleiner  $\pm 0,01$  mm, insbesondere kleiner  $\pm 0,007$  mm eingestellt wird.

6. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß ein Außendurchmesser der Präzisionsglasröhrchen von 1,0 mm bis 20,0 mm, insbesondere von 5,0 mm eingestellt wird.

7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß eine Toleranz des Außendurchmessers von kleiner  $\pm 0,01$  mm, insbesondere von kleiner  $\pm 0,007$  mm eingestellt wird.

8. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß eine Wanddickenverteilung der Präzisionsglasröhrchen von 0,1 mm bis 0,5 mm, insbesondere von 0,2 mm bis 0,4 mm eingestellt wird.

9. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß eine Toleranz der Wanddickenverteilung von kleiner  $\pm 0,01$  mm, insbesondere von kleiner  $\pm 0,007$  mm eingestellt wird.

10. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß ein Glasrohr, das eine Länge von 500 mm bis 2000 mm aufweist, gezogen wird.

11. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß die Präzisionsglasröhrchen auf 150 mm bis 300 mm abgelängt werden.

12. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß die Außenfläche des Glasrohrs mittels Diamantwerkzeugen mechanisch überarbeitet wird.

13. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß die Außenfläche des Glasrohrs mittels Schleifen mechanisch überarbeitet wird.

14. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß das Glasrohr mit präzisem, vorbestimmtem Innendurchmesser nach dem KPG-Verfahren hergestellt wird.

15. Verwendung von nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 14 hergestellten Präzisionsglasröhrchen als Probenaufnahme Röhrchen für analytische Untersuchungen, insbesondere für magnetische Kernresonanz-Untersuchungen.

- Leerseite -